

DIN 51007-2:2021-10 (D)

Thermische Analyse (TA) - Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) - Teil 2: Schnelle Dynamische Differenzkalorimetrie (f-DSC); Chip Kalorimetrie

Inhalt	Seite
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich.....	8
2 Normative Verweisungen	9
3 Begriffe	9
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens	10
5 Geräte.....	11
5.1 Chip-Kalorimeter.....	11
5.2 Mikroskop.....	12
5.3 Geräte zur Vorbereitung der Proben	12
5.4 Kalibriersubstanzen.....	12
5.5 Einrichtung zur Erzeugung einer definierten Atmosphäre	12
6 Proben.....	13
7 Prüfbedingungen und Konditionierung von Proben	13
7.1 Prüfbedingungen.....	13
7.2 Konditionierung von Proben	13
8 Kalibrierung.....	14
8.1 Leistungsvermögen des Chip-Kalorimeters	14
8.2 Temperaturkalibrierung [14], [17]	16
8.2.1 Allgemeines	16
8.2.2 Korrektur der thermischen Verzögerung aufgrund der Heizrate.....	18
8.2.3 Korrektur der thermischen Verzögerung aufgrund der Probenmasse.....	18
8.2.4 Korrektur der auf die Heizrate Null extrapolierten gemessenen Temperatur.....	19
8.3 Symmetrie der Temperaturkalibrierung [14], [17], [21], [22].....	20
8.3.1 Allgemeines.....	20
8.3.2 Verfahren	21
9 Messverfahren.....	22
9.1 Vorbereitung des Gerätes.....	22
9.1.1 Starten des Gerätes.....	22
9.1.2 Spülgas	23
9.1.3 Bestimmung der Grundlinie des Sensors	23
9.1.4 Basislinienkorrektur [23]	23
9.2 Einbringen der Proben auf den Sensor	25
9.3 Durchführung von Messungen	25
9.3.1 Allgemeines	25
9.3.2 Starten des Kalorimeters.....	26
9.3.3 Wiederbenutzung des Sensors.....	26
9.3.4 Auswertung der Ergebnisse	26
10 Untersuchungen von physikalisch-chemischen Vorgängen.....	26
10.1 Allgemeines	26
10.2 Phasenumwandlungen 1. Ordnung	26

10.3	Chemische Reaktionen	27
10.4	Glasübergänge.....	27
10.5	Bestimmung der Wärmekapazitäten [24].....	27
10.6	Weitere Untersuchungsziele	30
11	Bestimmung der Probenmasse [14], [23]	30
11.1	Allgemeines.....	30
11.2	Bestimmung der Probenmasse über die spezifische Wärmekapazität des Materials.....	31
11.3	Bestimmung der Probenmasse über die Änderung der spezifischen Wärmekapazität beim Glasübergang.....	31
11.4	Bestimmung der Probenmasse über die spezifische Schmelzwärme.....	32
11.5	Bestimmung der Probenmasse über Abmessungen und Dichte.....	32
11.6	Verwendung von f-DSC-Referenzproben.....	33
11.7	Kriterien für die Auswahl korrekter Probenmassen	33
11.7.1	Hohe Probenmasse.....	33
11.7.2	Niedrige Probenmasse	33
12	Prüfbericht.....	34
	Literaturhinweise.....	36

Bilder

Bild 1	— Beispiel für den Aufbau eines Chip-Sensors [15].....	11
Bild 2	— Erreichte Heiz- bzw. Kühlraten eines handelsüblichen f-DSC-Gerätes von 1 000 K/s bis 20 000 K/s als Funktion der Programmtemperatur, gemessen mit leerem Sensor und gespült mit 20 ml/min N ₂ [14].....	15
Bild 3	— Erreichte Heiz- bzw. Kühlraten eines handelsüblichen f-DSC-Gerätes von 1 000 K/s bis 20 000 K/s als Funktion der Programmtemperatur, gemessen mit leerem Sensor und gespült mit 20 ml/min He [14].....	16
Bild 4	— Schmelzkurven, gemessen bei unterschiedlichen Heizraten mit einer Probe von 1 µg Indium, platziert in unterschiedlichen Positionen des aktiven Sensorbereichs [14].....	17
Bild 5	— Extrapolierte Peakstarttemperaturen von Indium als Funktion der Heizrate und der Probenmasse [14], [17]	19
Bild 6	— Beispiel für die Prüfung der Symmetrie der Temperaturkalibrierung mittels Peaktemperaturen der N-I-Umwandlung von 8OCB aus Heiz- und Kühlmessungen [21].....	22
Bild 7	— Heizkurven von amorphem PBT als Funktion der Heizrate. Die Basislinie entspricht der geglätteten bei 1 K/s gemessenen Kurve [23].....	24
Bild 8	— Symmetriekorrektur der Wärmestromkurven von Seidenfibroin gemessen bei einer Temperaturänderungsrate von ±2 000 K/s [24]	29
Bild 9	— Korrigierte Wärmekapazität von Seidenfibroin berechnet aus den Daten von Bild 8 [24].....	30
Bild 10	— Vergleich der Masse zweier unterschiedlicher Polypropylen-Proben (a) und (b), abgeschätzt über Geometrie und Enthalpie; angenommene Dichte von Polypropylen: 900 kg/m ³ [14].....	33
Bild 11	— Abhängigkeit der isothermen Kristallisation von PBT bei 100 °C von der Probenmasse [23]	34

Tabellen

Tabelle 1 — Typische Kennwerte einiger Chip-Kalorimeter, siehe auch [16].....	7
Tabelle 2 — Korrekturmatrix für auf Heizrate Null extrapolierte Peak­anfangstemperaturen von Indium als Funktion der Heizrate und der Proben­masse [14], [17].....	20